

DOCKET NO.: 265470US0PCT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Kenji ARAI
SERIAL NO.: NEW U.S. PCT APPLICATION
FILED: HERewith
INTERNATIONAL APPLICATION NO.: PCT/JP03/10137
INTERNATIONAL FILING DATE: August 8, 2003
FOR: DETERGENTS

**REQUEST FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119
AND THE INTERNATIONAL CONVENTION**

Commissioner for Patents
Alexandria, Virginia 22313

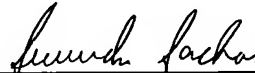
Sir:

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicant claims as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NO</u>	<u>DAY/MONTH/YEAR</u>
Japan	2002-232735	09 August 2002

Certified copies of the corresponding Convention application(s) were submitted to the International Bureau in PCT Application No. PCT/JP03/10137. Receipt of the certified copy(s) by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully submitted,
OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon
Attorney of Record
Registration No. 24,618
Surinder Sachar
Registration No. 34,423

Customer Number

22850

(703) 413-3000
Fax No. (703) 413-2220
(OSMMN 08/03)

03 FEB 2005

PCT/JP03/10137

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

08.08.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2002年 8月 9日

出願番号
Application Number: 特願2002-232735
[ST. 10/C]: [JP2002-232735]

REC'D 26 SEP 2003
WIPO PCT

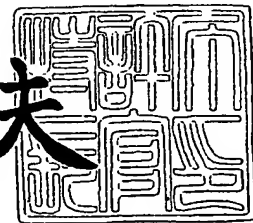
出願人
Applicant(s): 花王株式会社

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 9月11日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 P03711408

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 A61K 7/075

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2-1-3 花王株式会社研究所内

 【氏名】 新井 賢二

【特許出願人】

 【識別番号】 000000918

 【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

 【識別番号】 110000084

 【氏名又は名称】 特許業務法人アルガ特許事務所

 【代表者】 有賀 三幸

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 164232

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 洗浄剤

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記の成分(A)が懸濁した水性液に、別途溶解した下記の成分(B)又はこれを含む水性液を添加して冷却し、成分(B)を析出させるパール光沢を有する洗浄剤の製造法。

成分(A)：構成脂肪酸の炭素数に分布を有してもよいエチレングリコールモノアルキルエステル又はエチレングリコールジアルキルエステルであって、全構成脂肪酸のうち炭素数18以上の脂肪酸が70重量%未満であるエステル成分

成分(B)：構成脂肪酸の炭素数に分布を有してもよいエチレングリコールモノアルキルエステル又はエチレングリコールジアルキルエステルであって、全構成脂肪酸のうち炭素数18以上の脂肪酸が70重量%以上であるエステル成分

【請求項 2】 成分(A)が懸濁した水性液及び／又は溶解した成分(B)を含む水性液が、界面活性剤を含有するものである請求項 1 記載の製造法。

【請求項 3】 下記の成分(A)が懸濁した水性液に、別途溶解した下記の成分(B)又はこれを含む水性液を添加して冷却し、成分(B)を析出させて得られるパール光沢を有する洗浄剤。

成分(A)：構成脂肪酸の炭素数に分布を有してもよいエチレングリコールモノアルキルエステル又はエチレングリコールジアルキルエステルであって、全構成脂肪酸のうち炭素数18以上の脂肪酸が70重量%未満であるエステル成分

成分(B)：構成脂肪酸の炭素数に分布を有してもよいエチレングリコールモノアルキルエステル又はエチレングリコールジアルキルエステルであって、全構成脂肪酸のうち炭素数18以上の脂肪酸が70重量%以上であるエステル成分

【請求項 4】 成分(A)が懸濁した水性液及び／又は溶解した成分(B)を含む水性液が、界面活性剤を含有するものである請求項 3 記載の洗浄剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、パール様光沢を有する洗浄剤及びその製造法に関し、特に、パール

化剤の安定性に優れ、酸性条件下及び高温条件下での長期保存安定性に優れ、かつ安価な洗浄剤及びその製造法に関する。

【0002】

【従来の技術】

洗浄剤は、洗浄機能の向上と、マイルド感、コンディショニング効果との両立を目的として開発が進められてきた。しかし、生活様式の多様化に伴い、消費者の要求も多様化し、洗浄剤の外観や機能についても広がりが求められている。

【0003】

洗浄剤の外観に関しては、パール様外観を付与することにより、ゴージャスな感じを与え、消費者を豊かな気持ちにすることができ、また洗浄剤の機能についても、単に洗浄性だけでなく、例えば毛髪洗浄剤の場合、毛髪の柔らかさ、まとめ、櫛通りのよさ等、多方面の機能が求められている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

パール様外観の付与については、従来アルキレングリコールモノ又はジアルキルエステルが知られているが、これらは、原料の問題からアルキル鎖長の分布が広く、そのため所期のパール様外観が得られにくかった。また、毛髪の柔らかさ、まとめ、櫛通りのよさ等の付与については、洗浄剤のpHを酸性にする方法が知られているが、系のpHを酸性にするとパール化剤であるエステルの分解が起こり、分離を生じ、パール外観を損ねるなど、組成物の安定性を著しく損ねるという問題があった。

【0005】

したがって、本発明は、酸性系でパール化剤の安定性に優れたパール光沢を有する洗浄剤及びその製造法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】

本発明者は、一般的に用いられるパール化剤と共に、構成脂肪酸の炭素数分布が一定範囲内にあるエチレングリコールアルキルエステルを併用し、前者の結晶が懸濁している系において後者の結晶を析出させることにより、優れたパール様

外観を有し、かつ酸性下でパール剤の安定性に優れる洗浄剤が、安価に製造できることを見出した。

【0007】

すなわち本発明は、下記の成分(A)が懸濁した水性液に、別途溶解した下記の成分(B)又はこれを含む水性液を添加して冷却し、成分(B)を析出させるパール光沢を有する洗浄剤の製造法、並びに当該洗浄剤を提供するものである。

【0008】

成分(A)：構成脂肪酸の炭素数に分布を有してもよいエチレングリコールモノアルキルエステル又はエチレングリコールジアルキルエステルであって、全構成脂肪酸のうち炭素数18以上の脂肪酸が70重量%未満であるエステル成分

【0009】

成分(B)：構成脂肪酸の炭素数に分布を有してもよいエチレングリコールモノアルキルエステル又はエチレングリコールジアルキルエステルであって、全構成脂肪酸のうち炭素数18以上の脂肪酸が70重量%以上であるエステル成分

【0010】

【発明の実施の形態】

本発明で使用されるパール化剤である成分(A)及び(B)は、共にエチレングリコールモノアルキルエステル又はエチレングリコールジアルキルエステルである。成分(A)は、一般的に販売され使用されているパール化剤である。成分(B)は、一般的なパール化剤に比べ、エステルを構成する脂肪酸が、炭素数の大きいものの比率が高いという特徴を有する。

【0011】

成分(B)は、全構成脂肪酸のうち炭素数18以上の脂肪酸が70重量%以上を占めるが、酸性条件下での安定性の点から、80重量%以上を占めるのが好ましい。また、全体の70重量%以上を占める脂肪酸の炭素数は、炭素数18～22の範囲であるのが好ましい。更に、全脂肪酸の炭素数の分布範囲は、炭素数11～22が好ましい。

【0012】

また、成分(A)と(B)を併せ、全構成脂肪酸のうち炭素数18以上の脂肪酸が70～

85重量%であると、洗浄剤としての泡立ち、パール外観、安定性に優れる。

【0013】

本発明に使用される、「成分(A)が懸濁した水性液」及び「溶解した成分(B)を含む水性液」中の成分(A)又は(B)の含有量は、安定性及び外観の点から0.1~50重量%、特に0.5~40重量%とするのが好ましい。また、使用する成分(A)と成分(B)の重量比は、安定性及び外観の点から、 $0.1 < (A) / [(A) + (B)] < 0.9$ 、特に $0.3 < (A) / [(A) + (B)] < 0.7$ が好ましい。

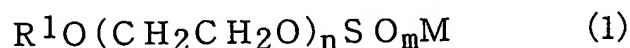
【0014】

「成分(A)が懸濁した水性液」及び「溶解した成分(B)を含む水性液」は、分散剤として界面活性剤を含有してもよい。かかる界面活性剤としては、アニオン界面活性剤、両性界面活性剤が挙げられる。

【0015】

アニオン界面活性剤としては、硫酸系、スルホン酸系、カルボン酸系のものが好ましく、例えばアルキル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル硫酸塩、スルホコハク酸アルキレンアルキルフェニルエーテル硫酸塩、高級脂肪酸塩等が挙げられ、なかでもポリオキシアルキレンアルキルエーテル硫酸塩、ポリオキシアルキレンアルケニルエーテル硫酸塩、アルキル硫酸塩、特に次の一般式(1)又は(2)で表されるものが好ましい。

【0016】



【0017】

[式中、 R^1 は炭素数10~18のアルキル基又はアルケニル基を示し、 R^2 は炭素数10~18のアルキル基を示し、Mはアルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム、アルカノールアミン又は塩基性アミノ酸を示し、mは重量平均で1~5の数を示す。]

【0018】

両性界面活性剤としては、酢酸ベタイン系、アミド酢酸ベタイン系、スルホベ

タイン系、アミドスルホベタイン系、ホスホベタイン系、アルキルアミンオキサイド、アミドアミンオキサイド等が挙げられる。このうち、ヤシ油脂肪酸アミドプロピルベタイン、ラウリン酸アミドプロピルベタイン等の脂肪酸アミドプロピルベタインが好ましい。

【0019】

これら界面活性剤は2種以上を併用してもよく、また「成分(A)が懸濁した水性液」又は「熔融した成分(B)を含む水性液」中の含有量は、1～70重量%が好ましく、更には5～50重量%、特に7～30重量%が好ましい。

【0020】

更に、上記水性液には、分散安定性を高めるために、水溶性高分子を含有させることもできる。水溶性高分子としては、カチオン性ポリマー、ノニオン性ポリマーが好ましく、特にカチオン化セルロース、カチオン化グアガムが好ましい。

【0021】

本発明の洗浄剤は、成分(A)が懸濁した水性液に、別途熔融した成分(B)又はこれを含む水性液を添加して冷却し、成分(B)を析出させることにより製造される。

【0022】

成分(A)が懸濁した水性液は、通常のパール光沢懸濁液の製造法に従って製造することができる。すなわち、まず、成分(A)、水並びに必要な応じて界面活性剤及び／又は水溶性高分子を混合し、加熱、攪拌する。加熱温度は、成分(A)の融点以上、好ましくは融点より10℃以上高い温度とする。攪拌速度は10～100rpmが好ましく、攪拌時間は、作業性の点から5～60分が好ましい。これにより、成分(A)が熔融し、液は乳化分散状態となる。次いで攪拌しながら徐々に冷却し、室温に保ち成分(A)を析出される。

【0023】

上記成分(A)の懸濁液に添加する成分(B)は、熔融状態である必要があるが、熔融した成分(B)そのものを添加しても、また熔融した成分(B)を含む水性液として添加してもよい。熔融した成分(B)を含む水性液は、上記成分(A)の場合と同様にして製造することができる。まず、成分(B)、水並びに必要な応じて界面活性剤

及び／又は水溶性高分子を混合し、加熱、攪拌する。加熱温度は、成分(B)の融点以上、好ましくは融点より10℃以上高い温度とする。攪拌速度は10～100rpmが好ましく、攪拌時間は、作業性の点から5～60分が好ましい。これにより、成分(B)が溶融し、液は乳化分散状態となる。

【0024】

成分(A)の懸濁液に、溶融した成分(B)又はこれを含む水性液を添加した後、冷却すると、成分(B)は成分(A)の結晶の表面上に析出して、本発明のパール光沢を有する洗浄剤が得られる。

【0025】

ここで、上記成分(A)の懸濁液に対する溶融した成分(B)又はこれを含む水性液の添加は、別途調製された、アニオン界面活性剤、両性界面活性剤、カチオン界面活性剤等を含有する水溶液に対し、順次、成分(A)の懸濁液、次いで成分(B)又はこれを含む水性液を添加することにより行ってもよい。

【0026】

以上のようにして製造されたパール光沢を有する洗浄剤は、酸性条件下において安定に分散され、特に高温安定性に優れ、シャンプー、全身洗浄料、洗顔料等の洗浄剤組成物として、好適に使用できる。

【0027】

本発明の洗浄剤中における成分(A)及び(B)の総含有量は、美しい真珠光沢、良好な安定性（特に高温での安定性）の観点から、0.3～10重量%が好ましく、更には0.5～5重量%、特に0.8～3重量%が好ましい。

【0028】

本発明の洗浄剤は、25℃における5重量%（20重量倍希釈）水溶液のpHが、1～5、特に3～4であるのが好ましい。pHの調整には、有機酸又は無機酸が使用され、有機酸としてはヒドロキシ酸、モノカルボン酸、ジカルボン酸、トリカルボン酸、ポリカルボン酸、アルキル硫酸、アルキルリン酸等が挙げられる。ヒドロキシ酸としては、グリコール酸、乳酸、オキシ酪酸、グリセリン酸、リンゴ酸、酒石酸等が、モノカルボン酸としては、酢酸等が、ジカルボン酸としては、マロン酸、コハク酸、グルタミン酸、アジピン酸、マレイン酸、フマル酸、フタル

酸等が、トリカルボン酸としては、クエン酸等が挙げられる。無機酸としては、塩酸、硫酸、リン酸等が挙げられる。これらのうち、有機酸が好ましく、なかでも α -ヒドロキシカルボン酸、特に乳酸、リンゴ酸が、つや、毛髪の柔軟性、まとまり性のうえで優れている。有機酸又は無機酸の含有量は、本発明の洗浄剤中に0.05~10重量%が好ましく、更には0.1~5重量%、特に0.5~1重量%が好ましい。

【0029】

本発明の洗浄剤には、コンディショニング効果の更なる向上のため、シリコーン類を含有させることができる。シリコーン類としては、ジメチルポリシロキサン（粘度5~2000万 mm^2/s ）、アミノ変性シリコーン、ポリエーテル変性シリコーン、メチルフェニルポリシロキサン、脂肪酸変性シリコーン、アルコール変性シリコーン、アルコキシ変性シリコーン、エポキシ変性シリコーン、フッ素変性シリコーン、環状シリコーン、アルキル変性シリコーン等が挙げられ、特にジメチルポリシロキサンが好ましい。シリコーン類の含有量は、本発明の洗浄剤中に0.01~10重量%が好ましい。

【0030】

本発明の洗浄剤には、カチオンポリマー（カチオン化セルロース、カチオン化グアーガム等）等の他のコンディショニング成分を含有させることができる。これらの含有量は、本発明の洗浄剤中に0.1~5重量%が好ましい。

【0031】

本発明の洗浄剤には、その他、通常の洗浄剤又は化粧品に用いられる成分を目的に応じて含有させることができる。このような成分としては、プロピレングリコール、グリセリン、ジエチレングリコールモノエチルエーテル、ソルビトール、パンテノール等の保湿剤；染料、顔料等の着色剤；メチルセルロース、ポリエチレングリコール、エタノール等の粘度調整剤；その他、植物エキス、防腐剤、殺菌剤、キレート剤、ビタミン剤、抗炎症剤、香料、紫外線吸収剤、酸化防止剤等が挙げられる。

【0032】

本発明の洗浄剤は、特に毛髪洗浄剤、皮膚洗浄剤等として有用である。

【0033】

【実施例】

実施例 1

(1) 成分(A)懸濁液の製造

水10 g、エチレングリコールジアルキレート（成分(A)；アシル基炭素数18のエステル50重量%、アシル基炭素数16のエステル50重量%）20 g、ポリオキシエチレンラウリル硫酸ナトリウム30重量%水溶液67 g 及びヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド 3 g を、80℃に加熱し、約1時間攪拌し、均一な乳化分散液とする。その後、ゆるい攪拌下において徐々に室温まで冷却して、平均粒径1000 μm 以下の固体懸濁液を得る。

【0034】

(2) 本発明のパール光沢を有する洗浄剤（シャンプー）の製造

水40.5 g、ポリオキシエチレンラウリル硫酸ナトリウム30重量%水溶液50 g、ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド 2 g 及びカチオン化セルロース0.5 g を、80℃に加熱し、約1時間攪拌し、均一な乳化分散液とする。その後、攪拌下において徐々に冷却して、57℃付近になった時点で、(1)で得られた成分(A)懸濁液 5 g を添加する。次いで、56℃において、約80℃に熱したエチレングリコールジアルキレート（成分(B)；アシル基炭素数18のエステル95重量%、アシル基炭素数16のエステル 5 重量%）の熔融物 1 g を添加し、徐々に室温まで冷却し、本発明のシャンプーを得る。その後、乳酸 1 g と塩酸又は水酸化ナトリウムを適量用いて、組成物のpH（20重量倍希釈液）を3.8に調整した。

【0035】

実施例 2

実施例 1 の(2)において、水の量を38.5 g、成分(A)懸濁液の量を 7 g とし、カチオン化セルロースに代えてマーコート550（カルゴン社製）を同量用いる以外は同様にして、本発明のシャンプー（20重量倍希釈液のpH3.8）を得る。

【0036】

実施例 3

実施例 1 の(2)において、水の量を41.5 g、成分(A)懸濁液の量を 3 g、成分(B)

)の溶融物の量を2 gとし、カチオン化セルロースに代えてカチオン化グアガムを同量用いる以外は同様にして、本発明のシャンプー(20重量倍希釈液のpH3.8)を得る。

【0037】

実施例 4

実施例1の(2)において、水の量を39.5 gとし、成分(B)の溶融物に代えて成分(B)とプロピレングリコールの混合物(重量比1:1)を80℃に加熱したもの2 gを使用する以外は同様にして、本発明のシャンプー(20重量倍希釈液のpH3.8)を得る。

【0038】

比較例 1

水41 g、ポリオキシエチレンラウリル硫酸ナトリウム30重量%水溶液46.65 g、ヤシ油脂肪酸モノエタノールアミド1.85 g及びカチオン化セルロース0.5 gを、80℃に加熱し、約1時間攪拌し、均一な液とする。その後、攪拌下において徐々に冷却して、57℃付近になった時点で、実施例1の(1)で得られた成分(A)懸濁液10 gを添加する。次いで、徐々に室温まで冷却して、シャンプーを得る。

【0039】

試験例 1

実施例1～4並びに比較例1で得られたシャンプーについて、外観、泡の感触、及び酸性条件下における安定性を、下記基準に従って評価した。この結果を表1に示す。

【0040】

評価基準

・外観

シャンプーの外観を目視で観察し、下記基準に従って評価した。

○：パール外観が強い

△：パール外観が弱い

×：パール外観がない

【0041】

・泡の感触

適量のシャンプーと水を手に取り、泡立てたときの感触を下記基準に従って評価した。

○：柔らかくなめらか

×：ざらざらしてつぶれた感じ

【0042】

・酸性条件下における安定性

シャンプーを50℃に維持して保管し、系の安定性（パール外観）が保たれる期間を評価した。

○：1ヶ月間以上安定

△：20日間安定

×：20日未満でパール外観が消える

【0043】

【表1】

	実施例				比較例
	1	2	3	4	1
外観	○	○	○	○	○
泡の感触	○	○	○	○	○
酸性条件下での安定性	○	○	○	○	×

【0044】

【発明の効果】

本発明によれば、パール化剤の安定性に優れ、特に、酸性条件下及び高温条件下での長期保存安定性に優れるパール光沢を有する洗浄剤が安価に製造できる。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 成分(A)懸濁液に、別途溶融した成分(B)又はこれを含む水性液を添加して冷却し、成分(B)を析出させるパール光沢を有する洗浄剤の製造法、及び当該洗浄剤。

成分(A)：構成脂肪酸の炭素数に分布を有してもよいエチレングリコールアルキルエステルであって、全構成脂肪酸のうちC18以上の脂肪酸が70重量%未満であるエステル成分

成分(B)：構成脂肪酸の炭素数に分布を有してもよいエチレングリコールアルキルエステルであって、全構成脂肪酸のうちC18以上の脂肪酸が70重量%以上であるエステル成分

【効果】 パール化剤の安定性に優れ、特に、酸性条件下及び高温条件下での長期保存安定性に優れるパール光沢を有する洗浄剤が安価に製造できる。

【選択図】 なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-232735
受付番号	50201190354
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年 8月12日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 8月 9日
-------	-------------

次頁無

特願 2002-232735

出願人履歴情報

識別番号

[000000918]

1. 変更年月日

1990年 8月24日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

氏 名

花王株式会社